

一种分段式宽域粒度沉降分析仪的研制

王清华, 简森夫, 金春强, 张少明, 张传武

(南京工业大学 材料学院, 江苏 南京 210009)

中图分类号: TQ172.12 文献标识码: B 文章编号: 1002-9877(2003)07-0047-03

0 引言

随着科技的发展, 人们开发了多种基于不同工作原理的颗粒粒度的测量方法和测量仪器。最常见的有筛分法、沉降法、Coulter法和激光散射法等。筛分法只适用于粗粒度的测定, 70 μm 以下的筛分就十分困难; Coulter法操作条件苛刻, 只适于电解质中悬浮的粉体; 激光散射法则有价格昂贵、调整困难、分辨率低和操作复杂等缺点。因而在工业上最常见的是沉降法^[1]。

上世纪80年代以来, 我国相继开发了几种光透式沉降粒度分析仪, 使我国沉降粒度分析水平得到了长足的发展。配合离心机的沉降粒度分析仪的测量范围通常在0.03~300 μm , 实际测量中设定的测量域只是其中的一跨度较小的子区间。但是工业生产中存在着宽粒径分布的颗粒的测量问题, 如水泥、陶瓷胚料粉粒度常常分布在1~120 μm 。对于宽粒径分布粒度测量问题, 粒度上限要求较高的沉降高度, 以便于测量; 粒度下限要求较低的沉降高度, 以缩短沉降时间。综合考虑, 通常用较高的沉降高度, 测量后期为了加速小颗粒的沉降不得不采取离心沉降。本文采取测量过程中变换沉降高度、分段式测量的方法: 首先用较高的沉降高度测量较大颗粒段, 然后再用较低的沉降高度测量较小颗粒段, 通过计算, 将两段测量接起来得到宽粒径分布粒度大小情况。该法不但便于宽粒径分布粒度测试, 在实际操作中很多情况下还可避免原有的离心操作, 进一步降低了仪器成本。本文在原NSKC-1光透式粒度仪的基础上研制出了新一代基于Windows界面化操作的NSKC-2型分段式宽域粒度分析仪。

1 测量原理

NSKC-2型分段式宽域粒度分析仪的测量原理包括沉降原理、光透原理和分段原理。

1.1 沉降原理

沉降分析通常在稀悬浮液中进行, 以保证悬浮液中的固体颗粒能自由沉降, 此时, 颗粒在液体中的沉降过程符合Stokes定律^[2]:

$$u_{\text{stk}} = \frac{h}{t} = \frac{(\rho_s - \rho_f)gD^2}{18\mu} \quad (1)$$

式中:

- u_{stk} ——颗粒沉降速度 m/s ;
- h ——颗粒沉降高度 m ;
- t ——颗粒沉降时间 s ;
- ρ_s ——颗粒密度 kg/m^3 ;
- ρ_f ——液体密度 kg/m^3 ;
- g ——重力加速度 m/s^2 ;
- μ ——液体的粘度 $\text{Pa}\cdot\text{s}$;
- D ——颗粒直径 μm 。

根据Stokes定律, 由不同的沉降高度和沉降时间, 即可计算出相应的颗粒粒度值。沉降高度 h 的选择应使沉降时间 t 不要过长或过短。由(1)式可知沉降速度和颗粒直径的平方成正比, 故颗粒越小, 沉降速度就越慢, 而且颗粒太小, 其布朗运动显著干扰沉降过程, 导致测定时间就会大大地加长。为了缩短沉降时间, 可用离心场代替重力场。所以采用离心机进行离心沉降可很好地解决小颗粒的测试问题。离心时间为:

$$T = \frac{18\mu}{(\rho_s - \rho_f)D^2\omega^2} \ln \frac{r}{s} \quad (2)$$

式中:

- T ——离心时间 s ;
- ω ——离心机角速度 r/s ;
- r ——离心机轴心至测试点的距离 m ;
- s ——离心机轴心至沉降槽液面的距离 m 。

1.2 光透原理

入射光穿过颗粒悬浮液时的衰减符合Lamber-

Beer 定律^[3]：

$$\ln I = \ln I_0 - k \int n_D D^2 dD \quad (3)$$

式中：

- I ——光的透过量；
- I_0 ——纯液体时光的透过量；
- k ——仪器常数；
- n_D ——在光路上存在的粒度为 D 的颗粒数量。

若在一定的位置上测量光通量，随着时间的推移，从大颗粒开始，依次从该处消失颗粒踪迹，所消失踪迹的颗粒粒径可按 Stokes 定律作出预估。因此连续测量该位置不同时刻的光通量，直到设定的最小颗粒在检测点消失为止，就可测量出颗粒的粒度分布。

1.3 分段原理

各种粒度分析仪在计算中都要对粒度分布进行离散化。这里假设粒度分布呈不连续分布，粒度上、下限分别为 D_n 和 D_1 ，且 $D_1 < D_2 < \dots < D_n$ 。分段法原理是：首先用沉降高度 H ，测量较大粒径段 $D_k < D_{k+1} < \dots < D_n$ 的颗粒粒度分布；紧接着用相对较低的高度 h ，测量较小粒度段 $D_1 < D_2 < \dots < D_m$ 的颗粒粒度分布，并使得 $D_k < D_m$ ，这样两段粒度分布存在 1 个交叉。依据交叉段分布相等的事实，采用平滑技术，得到全程颗粒粒度分布，见图 1。

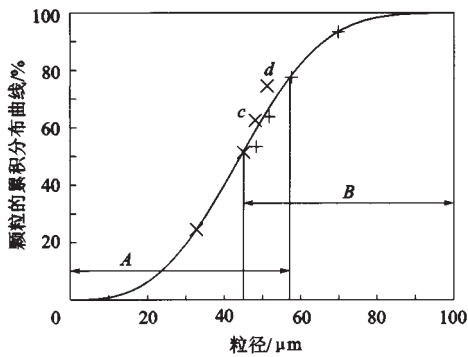


图 1 分段法全程粒度分布复原

实际操作中，由于测试误差，交叉段的分布并不完全重合。可信的做法是：c 点以下数据采用 A 区测试结果，d 点以上数据采用 B 区测试结果，cd 之间的数据根据 A、B 区测量值进行最小二乘法拟合得到。

2 仪器装置简介

2.1 硬件部分

该分析仪的硬件部分主要由光源、沉降槽、光敏

二极管、放大器、调制解调电路、12bit 的模数转换器、PC 机及打印机等构成，如图 2。

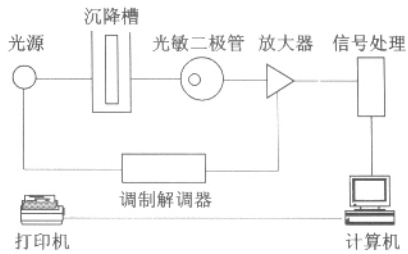


图 2 仪器的硬件部分

2.2 软件部分

软件为基于 Win32(支持 Win9X) 平台下的专用应用软件，由面向对象的高级语言 Delphi 编写。整个软件界面友好，操作方便，由设置、测量、计算及显示 4 个主模块以及操作标准与物性参数 2 个辅模块组成，见图 3。

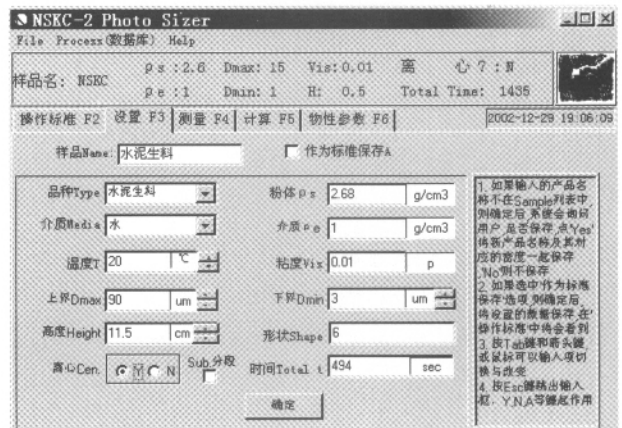


图 3 操作界面

设置模块用来设定样品名称、样品种类、介质种类、测量温度、粒度上下限、形状系数、是否离心及是否进行分段测量等。样品和介质的密度、介质粘度等参数无需手工输入，由程序从数据库中即时调入，减少了操作人员工作量，同时也降低了输入出错率；测量总时间随着测定参数的变化即时显示，如觉得不合适可以马上重新设定。所有这些参数的设定都可以选择作为标准模块保存，下次直接从操作标准模块中选择即可。

测量模块用来完成测量功能，这里通过 RS232 串行口进行数据实时采集。首先进行样品槽空白值测量；然后根据光强显示窗口的读数调整好样品的浓度，一切准备就绪后，即可点击“开始”按钮进行实际

测量。测量过程中需要离心或分段测量时,到达特定的时间,计算机发出声音提示离心或变换高度分段测量,离心机转速、离心时间以及变换高度在软件的对话框上均有醒目的提示。

计算模块用来将测量数据进行滤波、平滑和消光系数补偿,计算颗粒的质量频度分布、累积分布和比表面积等,并将结果存入数据库。

显示模块将测量所得的颗粒粒度分布,以图表的形式进行直观的显示出来,并可以点击“打印”按钮,将结果打印出来。

操作标准、物性参数 2 个辅模块均是对设置模块功能的延伸。操作标准模块中储存常用的设置参数,简化了设置步骤;物性参数模块提供了向软件数据库扩展样品种类和介质种类的接口。

值得一提的是,本软件对测量结果的保存采用专用数据库的形式,可长期保存测量结果,为用户跟踪生产质量,改进生产工艺提供了一定的参考。

3 实际测量

本试验采用某水泥厂的生料粉进行实测。测量参数设定及耗时如表 1。

表 1 生料粉测量参数设定及耗时

编号	测试温度/°C	粒径范围/ μm	是否离心	是否分段	总耗时/s
1	20	3~90	否	否	9722
2	20	3~90	是	否	494
3	20	3~90	否	是	1556

从表 1 可以看出:如果按编号 1 进行测量,需要近 3h,时间上不合算;编号 2 采取了离心沉降的方法,需时约 8min,时间较短;编号 3 是采取了分段法,需时约 25min,时间尚可接受。

分别按表 1 中编号 2 (离心法)和编号 3 (分段法)的参数设置对该水泥厂的生料进行测量。样品制备时,首先将生料粉加入烧杯中,再加入适量的水和分散剂,用超声波分散 5min,用滴管移少量至沉降槽,加水调节至合适浓度,便可开始测量。测量结果如表 2,其中 $D_{0.3}$ 、 $D_{1.0}$ 分别表示小于此粒径的颗粒占总颗粒质量的 3% 和 10%,其它情况依此类推。表 2 中的测量结果为各自分别测量 10 次的平均值,编号 2 沉降高度为 7cm;编号 3 进行分段式测量,沉降高度分

别为 7cm 和 1cm。从表 2 可以看出,分段式测量与离心测量的结果非常吻合,测量误差不超过 2%,由于误差的补偿效应,尽管测量段的头尾稍有出入,但 D_{50} 完全重合。

表 2 生料粉分别用离心法和分段法测量的结果

项目	$D_{0.3}$	$D_{1.0}$	$D_{2.5}$	D_{50}	D_{75}	D_{90}	D_{97}
2(离心)/ μm	3.29	8.09	12.64	19.24	30.38	43.27	57.7
3(分段)/ μm	3.23	7.69	12.5	19.24	30.43	44.1	58.8
相对误差/%	1.82	1.61	1.11	0	0.16	1.92	1.91

表 3 为该水泥厂的生料粉采用分段法 10 次测量的平均值、标准差、标准差的相对值。标准差的相对值均小于 3%,可以认为这种分段式宽域粒度分析仪具有良好的重复性。

表 3 生料粉采用分段法测量的 10 次测量重复性试验

项目	$D_{0.3}$	$D_{1.0}$	$D_{2.5}$	D_{50}	D_{75}	D_{90}	D_{97}
均值/ μm	3.23	7.69	12.5	19.24	30.43	44.1	58.8
标准偏差/ μm	0.05	0.10	0.18	0.56	0.74	0.93	1.61
相对标准偏差/%	1.55	1.30	1.44	2.91	2.43	2.11	2.74

4 结论

NSKC-2 型分段式宽域粒度分析仪是原有 NSKC-1 型光透式粒度仪的改进,基于 Windows 视窗的测试操作更方便,基于数据库技术的数据存储更安全。它采用变换沉降高度的方法,可适用于宽域粒度分布的粉体粒度的测量;同时在一定程度上摆脱了离心沉降,而测量精度保持不变。

参考文献:

- [1] 简森夫,马振华,金春祥.一种粒度分析测试系统及其应用[J].南京化工学院学报,1994,(16):101-105.
- [2] 艾伦 T. 颗粒大小测定[M].北京:中国建筑工业出版社,1984.232.
- [3] 童祐高.颗粒粒度与比表面测量原理[M].上海:上海科学技术文献出版社,1989.102-103.

(编辑 王新频)